

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2005 年 7 月 21 日 (21.07.2005)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2005/066085 A1

- (51) 国際特許分類: C03B 37/018 (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2004/019644
- (22) 国際出願日: 2004 年 12 月 28 日 (28.12.2004)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-002128 2004 年 1 月 7 日 (07.01.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越化学工業株式会社 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 町田 浩史 (MACHIDA, Hiroshi) [JP/JP]; 〒3140116 茨城県鹿島郡神栖町奥野谷浜野 6 1 7 0-2 7 信越化学工業株式会社内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 龍華 明裕 (RYUKA, Akihiro); 〒1600022 東京都新宿区新宿 1 丁目 2 4 番 1 2 号 東信ビル 6 階 Tokyo (JP).
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告書
- 2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING POROUS PREFORM FOR OPTICAL FIBER AND GLASS PREFORM

(54) 発明の名称: 光ファイバ用多孔質母材の製造方法及びガラス母材

(57) Abstract: A process for producing a quartz glass preform for optical fiber, comprising carrying out a flame hydrolysis of glass raw materials in oxyhydrogen flame, depositing thus formed glass microparticles on a rotating target to thereby obtain a porous preform and subjecting the porous preform to dehydration and sintering to thereby obtain a transparent glass, characterized in that with respect to the surface temperature of porous preform that changes in accordance with a relative movement of glass microparticle deposition burner and target, regulation is effected so that the temperature difference (Ta-Tb) between surface temperature (Ta) of porous preform in contact with flame from the deposition burner and surface temperature (Tb) of porous preform prior to contact with flame satisfies the relationship: $200^{\circ}\text{C} \leq (\text{Ta}-\text{Tb}) \leq 700^{\circ}\text{C}$.

(57) 要約: ガラス原料を酸素素火炎中で火炎加水分解させ、生成したガラス微粒子を回転しているターゲット上に堆積して多孔質母材を形成し、これを脱水、焼結して透明ガラス化する光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法において、ガラス微粒子堆積用バーナとターゲットとの相対移動とともに変化する多孔質母材の表面温度に対して、該堆積用バーナから生じる火炎との接触時の多孔質母材の表面温度 (Ta) と、火炎接触前の多孔質母材の表面温度 (Tb) との温度差 (Ta-Tb) を、 $200^{\circ}\text{C} \leq (\text{Ta}-\text{Tb}) \leq 700^{\circ}\text{C}$ に調整することを特徴としている。

WO 2005/066085 A1

明 細 書

光ファイバ用多孔質母材の製造方法及びガラス母材

技術分野

- [0001] 本発明は、OVD法において、火炎加水分解法により生成したガラス微粒子を出発部材上に堆積させて多孔質母材を製造する方法、特に、ガラス微粒子の堆積効率を向上させた光ファイバ用多孔質母材の製造方法及びガラス母材に関する。
- [0002] 文献の参照による組み込みが認められる指定国については、下記の出願に記載された内容を参照により本出願に組み込み、本出願の記載の一部とする。

特願2004-2128 出願日 平成16年1月7日

背景技術

- [0003] 通常、光ファイバ用石英ガラス母材（以下、単に光ファイバ母材と称する）は、外付け法（OVD法）で、ガラス原料を酸水素火炎中で火炎加水分解させ、生成したガラス微粒子を回転している棒状ターゲットに、製品の大部分を堆積させて多孔質母材を製作し、これを脱水、焼結して透明ガラス化している。
- [0004] 近年の光ファイバ市場の低迷に伴い、より低価格の光ファイバが求められている。よって、光ファイバの前駆体である光ファイバ母材の製造においても、製造コストの低減は重要な課題である。
- [0005] ガラス原料の火炎加水分解で生成したガラス微粒子は、火炎流とともに多孔質母材に吹き付けられ、付着するが、かなりの量（約5割）が堆積されることなく、排ガスとともに系外に排出される。このため、供給したガラス原料から生成したガラス微粒子をより高効率で多孔質母材に付着させる方法が求められている。
- [0006] それには、上記OVD法において、ガラス微粒子を高効率で付着させるためには、出発母材となる棒状ターゲットとガラス微粒子堆積用バーナとの相対速度、距離、さらに、堆積用バーナの構造、堆積用バーナに流すガス流速等の因子について、詳細に検討する必要がある。
- [0007] しかし、これらの個々の因子について、最適条件を求めることは、多大な時間および費用を有する。さらに、各因子に対して最適条件を得ても、各因子が変化すると、

再度調査しなおす必要がある。

- [0008] そこで、特許文献1は、同心円多重管堆積用バーナを用いて、ガラス原料を火炎加水分解させて生成した微粒子をターゲットに付着させる際に、堆積中、成長するターゲット径に基づき、堆積用バーナの原料流路のレイノルズ数 Re を制御することで、付着効率を向上させることができることを記載している。
- [0009] しかし、この方法で付着効率を向上させるためには、 Re 数を低減させる必要があり、付着速度を高速に維持して、さらに付着効率を向上させることが難しいという問題がある。
- [0010] この問題を簡易に解決するための手段として、スート表面を強制的に冷却することが知られている。
- [0011] なお、多孔質母材の表面を強制的に冷却すると付着率が向上する現象については、次ぎの現象によるものと推測されている。すなわち、堆積用バーナにより生成されたガラス微粒子がターゲット表面に付着する基本メカニズムとして、熱泳動という現象が考えられている。上記現象によると、気体中に微粒子が存在し、その周囲ガスに温度勾配が存在すると微粒子は温度の高い方向から低い方向に移動する。
- [0012] そこで、OVD法において、堆積用バーナを相対移動させて、火炎加水分解により生成した微粒子が火炎とともに直接ターゲットに衝突している領域を除いて、多孔質母材の表面を強制的に冷却することにより、この冷却領域に再び堆積用バーナが相対移動してきた際に、近隣の堆積時の火炎で温度が上昇している母材表面付近との温度勾配が大きくなり、ガラス微粒子がより低温側に熱泳動することで、付着率が向上する。
- [0013] また、母材の堆積表面を冷却する方法については、以下の方法が既に公知となっている。

特許文献2は、堆積用バーナの直上に堆積面に向けて冷却用ガス吹出口を配置し、 N_2 又は Ar ガスを吹き付けて多孔質母材を冷却する方法を、特許文献3は、出発母材に冷却用ガスとして He を吹き付け、多孔質ガラス層形成直前の部位の表面温度を約500℃にまで冷却して堆積を行う方法を記載している。特許文献4は、堆積用バーナの直上に堆積面に向けて冷却用ノズルを配置し、コロナ放電により発生させたイオ

ン噴流で、多孔質母材の表面を冷却しながら堆積を行う方法を、さらに、特許文献5は、回転しているターゲットの火炎が直接当たらない面を、水冷用ノズルから噴射される水流で強制冷却する方法を記載している。

[0014] 特許文献1:特開2001-294429号公報

特許文献2:特開昭61-86440号公報

特許文献3:特開平01-203238号公報

特許文献4:特開昭64-65040号公報

特許文献5:特開平04-55336号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0015] しかし、これらの方法を用いて実際に多孔質母材を製造してみたところ、以下の問題点が生じることが判明した。

すなわち、堆積効率の向上を目指し、冷却を過度に行った場合、多孔質母材の外層部と内層部の間に大きな表面温度差が生じ、外層部と内層部との収縮率の差によって、母材表面にヒビ割れを生じる場合がある、ことが判明した。

[0016] 本発明は、多孔質母材の表面を冷却しながら堆積を行う方法において、多孔質母材の表面にヒビ割れを発生させることなく、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることのできる、光ファイバ用多孔質母材の製造方法及びガラス母材を提供することを目的としている。

課題を解決するための手段

[0017] 本発明者による鋭意研究の結果、上記課題を解決したものであり、すなわち、本発明の光ファイバ用多孔質母材の製造方法は、ガラス原料を酸水素火炎中で火炎加水分解させ、生成したガラス微粒子を回転しているターゲット上に堆積して多孔質母材を形成し、これを脱水、焼結して透明ガラス化する光ファイバ母材の製造方法において、ガラス微粒子堆積用バーナとターゲットとの相対移動とともに変化する多孔質母材の表面温度に対して、該堆積用バーナから生じる火炎との接触時の多孔質母材の表面温度(T_a)と、火炎接触前の多孔質母材の表面温度(T_b)との温度差($T_a - T_b$)を、 $200\text{ }^{\circ}\text{C} \leq (T_a - T_b) \leq 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ に調整することを特徴としている。なお、温度差(

Ta-Tb)の調整は、吸気口や排気口、ガス噴射口といった外部と接している箇所での気流の向き、流量等を調整することで行うことができる。

[0018] このようにして得られた光ファイバ用多孔質母材を脱水し、焼結・透明ガラス化することで、光ファイバ用ガラス母材を低コストで製造することができる。

[0019] なお上記の発明の概要は、本発明の必要な特徴の全てを列挙したものではなく、これらの特徴群のサブコンビネーションもまた発明となりうる。

発明の効果

[0020] 本発明の光ファイバ用多孔質母材の製造方法によれば、堆積用バーナによる火炎の接触前後の多孔質母材の表面温度差(Ta-Tb)を、堆積中、 $200\text{ }^{\circ}\text{C} \leq (\text{Ta}-\text{Tb}) \leq 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ に調整することにより、多孔質母材の表面にヒビ割れを発生させることなく、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることができる。

[0021] このようにして得られた光ファイバ用多孔質母材を脱水し、焼結・透明ガラス化することで、光ファイバ用ガラス母材を低コストで製造することができる。

発明を実施するための最良の形態

[0022] 以下、発明の実施形態を通じて本発明を説明するが、以下の実施形態は請求の範囲に係る発明を限定するものではなく、また実施形態の中で説明されている特徴の組み合わせの全てが発明の解決手段に必須であるとは限らない。

[0023] ガラス微粒子の堆積部位は、堆積用バーナの移動につれて変位していくが、堆積部位の温度は、堆積用バーナの火炎の接触前後において変化する。このとき、火炎の接触前後の多孔質母材の表面温度差(Ta-Tb)が、 $200\text{ }^{\circ}\text{C} \leq (\text{Ta}-\text{Tb}) \leq 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ となるように、堆積用バーナへの水素と酸素の供給量を調整することにより、多孔質母材の表面にヒビ割れを発生させることなく、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることができる。

なお、表面温度差(Ta-Tb)が $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 未満では、強制的に冷却を行っても、付着率の向上の効果があまり見られず、他方、この温度が $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ を超えると、堆積中に多孔質母材に製品として使用できないような、ヒビ割れが生じる。

[0024] 次ぎに、下記の比較例、実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は、これらに限定されるものではなく、様々な態様が可能である。

[0025] (比較例1)

先ず、OVD法により直径50 mm ϕ の石英ガラス製棒状ターゲットを多孔質母材の製造装置にセットし、4本の同心円多重管堆積用バーナを150 mm間隔で配置して、ガラス微粒子の堆積を行った。

[0026] 使用した同心円多重管堆積用バーナは5重管からなるものであり、堆積初期においては、中心管に原料ガス(SiCl_4) 1 NL/min/バーナ及び酸素8 NL/min/バーナ、第3管に水素50 NL/min/バーナ、第5管には酸素20 NL/min/バーナをそれぞれ供給し、堆積終了時には、中心管に原料ガス(SiCl_4) 10 NL/min/バーナ及び酸素20 NL/min/バーナ、第3管に水素200 NL/min/バーナ、第4管に窒素4 NL/min/バーナ、第5管には酸素60 NL/min/バーナとなるように、スート外径の増加に伴い、原料ガス、酸素及び水素の量をそれぞれ調整した。

[0027] 上記条件にて、堆積用バーナをターゲットに対し100 mm/minの速度で相対移動させながら多孔質母材の外径が300 mm ϕ となるまで堆積を行った。なお、上記堆積中に、堆積用バーナから生じる火炎との接触時の多孔質母材の表面温度(T_a)と火炎接触前の多孔質母材の表面温度(T_b)との表面温度差($T_a - T_b$)を測定したところ、その差は100°Cであった。

上記条件にて50 hrにわたり堆積を行った結果、表面ヒビの発生はなかったものの、堆積速度2000 g/hr、付着効率0.50であった。

[0028] (実施例1乃至6及び比較例2)

使用した装置は、多孔質母材の表面を強制的に冷却する手段、すなわち吸気口を備えている。

直径50 mm ϕ の石英ガラス製棒状ターゲットを装置にセットし、OVD法により同心円多重管堆積用バーナを用いて多孔質母材の堆積を行った。堆積用バーナには5重管堆積用バーナを使用し、各管に供給するガスは、中心管; $\text{SiCl}_4 + \text{O}_2$ 、第2管;Air、第3管; H_2 、第4管; N_2 、第5管; O_2 とした。

[0029] 供給ガスの条件は、先の比較例1と同一とし、堆積用バーナをターゲットに対し100 mm/minの速度で相対移動させながら、多孔質母材の外径が300 mm ϕ となるまで堆積中の表面温度差($T_a - T_b$)を変化させ、堆積を行った。

表1に、堆積結果及びそのときの表面温度差($T_a - T_b$)の値を示した。

表中、表面温度差($T_a - T_b$)を800 °Cとした比較例2は、堆積途中で多孔質母材の表面にヒビ割れが発生したため、堆積を途中で中止した。

なお、表面温度の測定は、サーモグラフの値をもって測定値としたが、他の方法によって測定してもよい。

[表1]

No.	(Ta-Tb) [°C]	表面温度の 調整	付着時間 [hr]	付着率 [-]	付着速度 [g/hr]	表面ヒビの 発生
比較例1	100	無し	50.0	0.50	2000	無し
実施例1	200	調整	49.0	0.51	2040	無し
2	300	調整	48.1	0.52	2080	無し
3	400	調整	46.3	0.54	2160	無し
4	500	調整	45.5	0.55	2200	無し
5	600	調整	43.9	0.57	2280	無し
6	700	調整	42.4	0.59	2360	無し
比較例2	800	調整	250mmφで堆積中止			有り

[0030] 表1から明らかなように、堆積中、表面温度差(Ta-Tb)を $200\text{ }^{\circ}\text{C} \leq (\text{Ta}-\text{Tb}) \leq 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ に調整した実施例1乃至6は、表面ヒビの発生も無く、付着率も0.51〜0.59と従来より高く、ガラス微粒子付着率の向上を図ることができた。

[0031] 以上、実施形態を用いて本発明を説明したが、本発明の技術的範囲は上記実施

形態に記載の範囲には限定されない。上記実施形態に、多様な変更又は改良を加えることができる。そのような変更又は改良を加えた形態も本発明の技術的範囲に含まれ得ることが、請求の範囲の記載から明らかである。

産業上の利用可能性

[0032] 本発明の光ファイバ用多孔質母材の製造方法によれば、ガラス微粒子の付着率の向上を図ることができ、光ファイバのコスト低減に寄与する。

請求の範囲

- [1] ガラス原料を酸水素火炎中で火炎加水分解させ、生成したガラス微粒子を回転しているターゲット上に堆積して多孔質母材を形成し、これを脱水、焼結して透明ガラス化する光ファイバ用石英ガラス母材の製造方法において、ガラス微粒子堆積用バーナとターゲットとの相対移動とともに変化する多孔質母材の表面温度に対して、該堆積用バーナから生じる火炎との接触時の多孔質母材の表面温度 (T_a) と、火炎接触前の多孔質母材の表面温度 (T_b) との温度差 ($T_a - T_b$) を、 $200\text{ }^{\circ}\text{C} \leq (T_a - T_b) \leq 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ に調整することを特徴とする光ファイバ用多孔質母材の製造方法。
- [2] 請求項1で得られた光ファイバ用多孔質母材を脱水し、焼結・透明ガラス化してなることを特徴とする光ファイバ用ガラス母材。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/019644

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C03B37/018

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C03B37/00-37/16, C03B8/04

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 07-144928 A (Yazaki Corp.), 06 June, 1995 (06.06.95), Claims; Par. No. [0016]; drawings (Family: none)	1, 2
Y	JP 10-101343 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 21 April, 1998 (21.04.98), Par. Nos. [0002], [0004] (Family: none)	1, 2
Y	JP 11-349345 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 21 December, 1999 (21.12.99), Claims; Par. No. [0004]; drawings (Family: none)	1, 2

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
 "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
04 March, 2005 (04.03.05)

Date of mailing of the international search report
29 March, 2005 (29.03.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. 7 C03B37/018			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. 7 C03B37/00-37/16 C03B8/04			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2005年 日本国実用新案登録公報 1996-2005年 日本国登録実用新案公報 1994-2005年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) WPI			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
Y	J P 07-144928 A (矢崎総業株式会社) 1995. 06. 06, 特許請求の範囲, 【0016】, 図 (ファミリーなし)	1, 2	
Y	J P 10-101343 A (住友電気工業株式会社) 1998. 04. 21, 【0002】, 【0004】 (ファミリーなし)	1, 2	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献	
国際調査を完了した日 04. 03. 2005		国際調査報告の発送日 29. 3. 2005	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 前田 仁志	4 T 3342
		電話番号 03-3581-1101 内線 3463	

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	J P 1 1 - 3 4 9 3 4 5 A (住友電気工業株式会社) 1 9 9 9 . 1 2 . 2 1 , 特許請求の範囲、【0 0 0 4】、図 (ファミリーなし)	1, 2